

PRODUCTION OF INDUSTRY
SALT WITH SEDIMENTATION – MICROFILTRATION
PROCESS: OPTIMAZATION OF TEMPERATURE AND
CONCENTRATION BY USING SURFACE RESPONSE METHODOLOGY

Widayat *)

Abstract

The salt of sodium chloride commonly used consumption in house , so as a raw material in industry. The quality of salt depends on sodium chloride concentration. The objective of this research is obtained of optimum condition in production of salt industry by using sedimentation and microfiltration process. The optimization used surface response methodology and analysis by Statistica 6 software. The response perceived is NaCl concentration in product. The experiments do by mixing stearic acid with NaOH solution to product stearic sodium. Then, the solution mixed with sea water, so the white solid will be emerge, there are stearic calcium and stearic magnesium. And so filtrate evaporated until to obtain salt. The Mathematical model for reduction of Ca^{2+} and Mg^{2+} are

$Y = 93,3185 + 1,0967 X_1 + 0,1909 X_1^2 + 1,0682 X_2 - 0,2333 X_2^2 - 0,3376 X_1 X_2$, with maximum conversion is 94,46% at temperature 82,42°C and stearic sodium concentration 14,16%(v/v). The maximum of NaCl concentration is 96,19% at temperature 81,54°C and stearic sodium concetration 13,11 %(v/v). The mathematical model for NaCl production is

$Y = 92,7596 - 0,3443 X_1 - 3,3706 X_1^2 + 2,9553 X_2 - 0,9562 X_2^2 - 1,9272 X_1 X_2$. The results of NaCl not yet fulfilled with SNI industry salt. The NaCl concetration in SNI is 98,5%. So, this process is nt aplicable for productiob salt industry in Indonesia.

Key words: surface response methodology; sedimentation; microfiltration; stearic sodium; inversion

Pendahuluan

Kebutuhan garam NaCl nasional pada tahun 2002 sekitar 3.600.000 ton /tahun terdiri atas garam konsumsi 1.200.000 ton / tahun dan garam industri 2.400.000 ton /tahun (Anonim, 2002). Kebutuhan garam diperkirakan meningkat sejalan dengan perkembangan penduduk dan pertumbuhan industri. Sesuai dengan SK Menteri Perindustrian Nomor 29/M/SK/2/1995 tentang pengesahan serta penerapan Standar Nasional Indonesia (SNI), kadar NaCl untuk garam industri haruslah 98,5 db (Tabel 1). Namun sampai saat ini, semua produksi garam di Indonesia belum memenuhi SNI maupun SII, sehingga untuk memenuhi kebutuhan dalam negeri, khususnya garam industri, Negara Indonesia masih harus mengimpor.

Tabel 1. SNI dan SII Garam Industri
(Sumber: Anonim, 2002)

Parameter	SNI (%)	SII (%)
NaCl (db), max	98.5	98.5
H ₂ O	3	4
Ca (db), max	0.10	0.10
Mg (db), max	0.06	0.06
SO ₄ (db), max	0.20	0.20

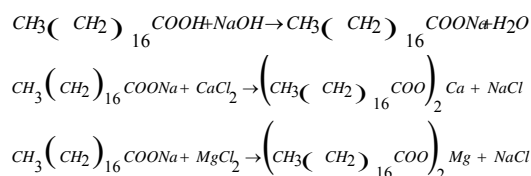
Penelitian tentang pembuatan garam industri yang sesuai dengan SNI telah dilakukan, antara lain rekayasa alat purifikasi garam rakyat menjadi garam industri dengan metode pencucian oleh Marihati, dkk., (2001). Secara keseluruhan diperoleh hasil yaitu perbaikan kualitas garam dari garam krosok /rakyat menjadi garam murni. Konsentrasi NaCl mengalami peningkatan rata-rata 5,3%.

Penelitian untuk mengurangi impuritas dalam garam, juga dapat dilakukan dengan kombinasi pencucian dan pelarutan cepat, seperti yang telah dilakukan oleh Bahrudin, dkk (2003). Penelitian ini mereaksikan garam rakyat dengan Na₂CO₃ dan NaOH sehingga timbul endapan CaCO₃ dan Mg(OH)₂. Pada penelitian ini dilakukan percobaan untuk menentukan rasio Ca/Mg optimum baik dengan menggunakan ataupun tanpa flokulan. Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa pemurnian garam sangat dipengaruhi oleh rasio Ca / Mg, dimana bila rasionya terlalu besar ataupun terlalu kecil akan mengakibatkan pengendapan impuritas tidak berlangsung dengan baik. Rasio Ca/Mg yang paling baik sebesar 2. Penambahan flokulan cukup mempengaruhi penurunan kadar Ca²⁺ dan relatif sedikit mempengaruhi penurunan kadar Mg²⁺.

Pembuatan garam dari air laut juga telah dilakukan seperti oleh Widayat, dkk., (2005). Pembuatan garam dilakukan dengan menggunakan metode pengendapan dan evaporasi dengan pelarut NaOH dan gas CO₂. Pelarut NaOH dan gas CO₂ berfungsi untuk mengendapkan ion Mg²⁺ dan Ca²⁺. Hasil garam yang diperoleh belum sesuai SNI dikarenakan Ca²⁺ yang terendapkan menjadi CaCO₃ kurang maksimal. Abu Khader, (2004) melakukan penelitian pembuatan garam industri dari air laut mati dengan 3 metode, yaitu penambahan asam stearat dan natrium hidroksida, penambahan natrium karbonat, dan modifikasi proses. Modifikasi proses yang digunakan adalah penggabungan metode pengendapan dan mikrofiltrasi dengan membran. Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa metode modifikasi proses memberikan hasil yang paling baik. Penelitian Abu Khader, (2004) menggunakan metode pengendapan dan mikrofiltrasi

*) Staf Pengajar Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknik Undip

dengan pelarut campuran asam stearat ($\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{COOH}$) dan natrium hidroksida (NaOH). Reaksinya adalah sebagai berikut :



Membran mikrofilter merupakan jenis membran yang digunakan dalam proses mikrofiltrasi. Mikrofiltrasi adalah proses filtrasi terhadap suatu partikel tersuspensi dengan ukuran $0,1 - 10 \mu\text{m}$ dimana proses adsorpsi terjadi ketika membran menangkap partikel. Membran mikrofilter terdiri dari 2 bagian, yaitu prefilter yang terletak di bagian luar untuk menyaring partikel yang lebih kasar dan membran filter yang lebih tipis dan halus untuk menyaring partikel yang cukup halus. Membran mikrofilter memiliki ukuran diameter poros antara $0,22 - 0,45 \mu\text{m}$ (Baker, 2000)

Penelitian ini bertujuan mencari kondisi operasi optimum untuk variabel temperatur dan konsentrasi natrium stearat dalam proses pengendapan garam NaCl dengan menggunakan metode respon permukaan.

Bahan dan Metode Penelitian

Air laut yang dipakai sebagai bahan baku utama diperoleh dari daerah garam di Kabupaten Rembang Jawa Tengah. Bahan pembantu adalah asam stearat dan natrium hidroksida diperoleh dari toko kimia di kota Semarang. Reaktor yang digunakan berbentuk tangki berpengaduk yang dilengkapi dengan heater dan pengendali temperatur. Membran yang digunakan adalah jenis membran mikrofiltrasi dari polisulfon. Penelitian dilakukan dengan variabel tetap adalah waktu proses 60 menit, volume air laut 2 liter, kepekatan air laut 20°Be dan perbandingan mol asam stearat dengan natrium hidroksida 1:1. Rancangan percobaan yang digunakan adalah *central composite design* seperti disajikan dalam Tabel 2.. Respon yang diamati dari penelitian ini adalah konversi pengurangan kandungan Ca^{2+} dan Mg^{2+} serta konsentrasi NaCl dalam garam. Konversi pengurangan kandungan Ca^{2+} dan Mg^{2+} selanjutnya dilakukan perhitungan reratanya. Pengolahan data untuk memperoleh kondisi optimum dilakukan dengan menggunakan perangkat lunak Statistica 6.

Tabel 2. Rancangan percobaan *central composite design*

X_1	X_2	Temperatur ($^\circ\text{C}$)	Konsentrasi Na Stearat (% v/v)
0,000	-1,414	85,00	5,00
1,000	-1,000	80,00	10,00
1,000	1,000	90,00	10,00
0,000	0,000	85,00	7,50
-1,000	1,000	80,00	10,00
0,000	0,000	85,00	7,50
-1,000	-1,000	85,00	3,96
-1,414	0,000	85,00	11,04
0,000	1,414	77,93	7,50
1,414	0,000	92,07	7,50

X_1 dan X_2 merupakan pengkodean untuk variabel temperatur dan konsentrasi natrium stearat. Hubungan X_1 dan X_2 dengan variabel temperatur dan konsentrasi natrium stearat seperti disajikan pada persamaan 1 dan 2.

$$X_1 = \frac{T - 85^\circ\text{C}}{5^\circ\text{C}} \dots\dots\dots (1)$$

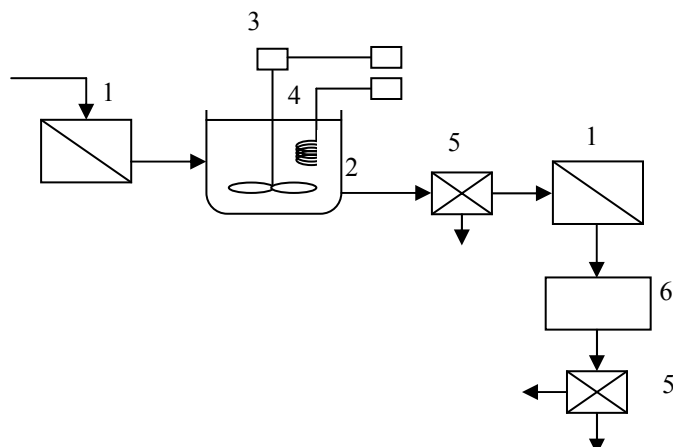
dan

$$X_2 = \frac{T - 7,5 \text{ \%}(v/v)}{2,5 \text{ \%}(v/v)} \dots\dots\dots (2)$$

Langkah percobaan yang dilakukan meliputi tahap pembuatan larutan natrium stearat, proses reaksi, proses penyaringan dan proses pembentukan kristal garam. Pembuatan natrium stearat dilakukan dengan cara mereaksikan asam stearat dengan natrium hidroksida. Larutan natrium stearat dibuat dengan cara mencampur asam stearat dan air dengan perbandingan berat 1:1. Air laut terlebih dahulu disaring dan dipanaskan atau diuapkan airnya sampai 20°Be . Air laut selanjutnya direaksikan dengan larutan natrium stearat pada variabel operasi yang telah ditentukan. Reaksi dilakukan dalam reaktor berpengaduk yang dilengkapi dengan pengatur suhu. Padatan yang terbentuk disaring untuk memisahkan filtrat dengan endapannya. Filtrat yang dihasilkan dianalisis kadar Ca^{2+} dan Mg^{2+} , selanjutnya diuapkan airnya hingga diperoleh endapan garam untuk dianalisis kadar NaCl nya. Analisis kadar Ca dan Mg menggunakan dengan metode kompleksometri, sedang analisis logam dan ion yang ada dalam garam dengan AAS. Konsentrasi Cl^- dianalisis dengan metode argentometri. Proses dan peralatan untuk penelitian seperti disajikan pada Gambar 1.

Keterangan :

1. Mikro filter
2. Reaktor
3. Motor + pengaduk
4. Termostat + heater
5. Saringan penghisap
6. Evaporator



Gambar 1. Rangkaian alat percobaan

Hasil dan Pembahasan**Pengendapan ion Ca^{2+} dan Mg^{2+}**

Ion Ca^{2+} dan Mg^{2+} merupakan impuritas terbesar yang terkandung dalam air laut. Keberadaan kedua jenis ion ini, menyebabkan produk garam mempunyai kadar NaCl cukup rendah. Dalam penelitian ini, ion Mg^{2+} dan Ca^{2+} dalam air laut akan diendapkan menjadi Mg-stearat dan Ca-stearat dengan menggunakan

Na-stearat. Konversi rerata Mg^{2+} dan Ca^{2+} yang membentuk Mg-stearat dan Ca-stearat seperti disajikan dalam Tabel 3. Kolom pertama dan kedua merupakan kondisi operasi yang digunakan pada percobaan. Kolom kelima merupakan konversi rerata Mg^{2+} dan Ca^{2+} . Kolom keenam adalah hasil perhitungan konversi rerata Mg^{2+} dan Ca^{2+} menurut model persamaan 3.

Tabel 3. Hasil pengurangan kadar Ca^{2+} dan Mg^{2+}

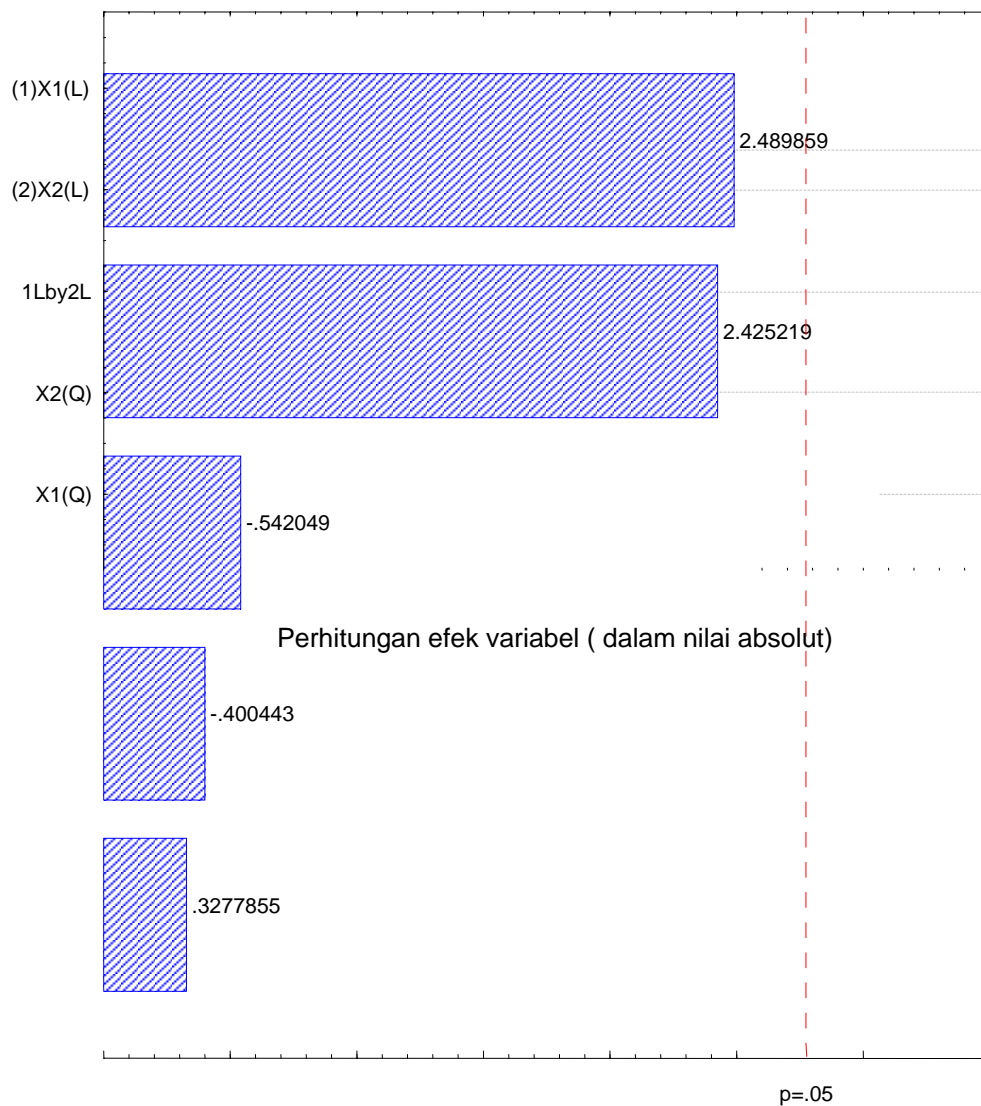
X_1	X_2	Konversi Mg^{2+}	Konversi Ca^{2+}	Konversi rerata (Ca^{2+} dan Mg^{2+}) hasil analisa, %	Konversi hasil perhitungan, %
0,000	-1,414	98,493	84,420	91,457	91,341
1,000	-1,000	98,998	88,399	93,699	93,642
1,000	1,000	99,039	89,718	94,379	95,103
0,000	0,000	99,305	86,301	92,803	93,318
-1,000	1,000	99,750	84,637	92,194	93,585
0,000	0,000	99,092	88,576	93,834	93,318
-1,000	-1,000	99,103	81,223	90,163	90,773
-1,414	0,000	99,183	87,394	93,289	92,149
0,000	1,414	99,303	91,862	95,582	94,362
1,414	0,000	99,069	91,826	95,447	95,251

$$Y = 93,3185 + 1,0967 X_1 + 0,1909 X_1^2 + 1,0682 X_2 - 0,2333 X_2^2 - 0,3376 X_1 X_2 \quad (3)$$

dimana Y adalah konversi rerata dari pengurangan Mg^{2+} dan Ca^{2+} .

Gambar 2 merupakan diagram Pareto untuk konversi rerata dari pengurangan Mg^{2+} dan Ca^{2+} . dimana variabel X_1 (1L) dan variabel X_2 (2L) mempunyai pengaruh relatif sama kuatnya terhadap konversi rerata dari pengurangan Mg^{2+} dan Ca^{2+} . Jika diban-

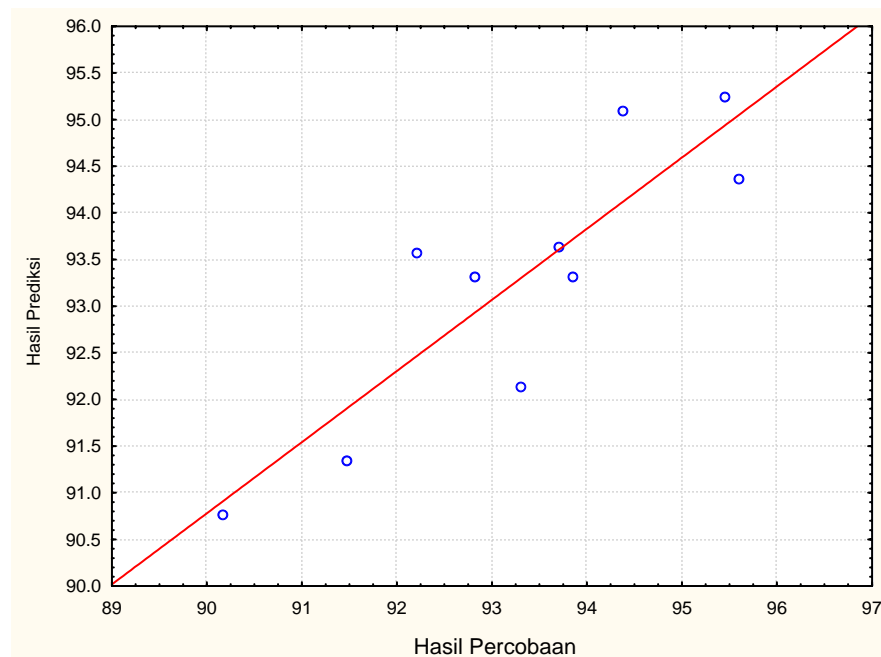
dingkan kedua variabel mempunyai nilai sebesar 1,03. Kombinasi variabel konsentrasi dan temperatur (1Lby2L) mempunyai pengaruh yang relatif kecil dan pengaruhnya negatif. Perbedaan variabel kwadrat dan interaksi antar variabel juga tidak terlalu besar, sehingga model persamaan 3 sudah dapat mewakili proses pengurangan ion Mg^{2+} dan Ca^{2+} dari air laut.



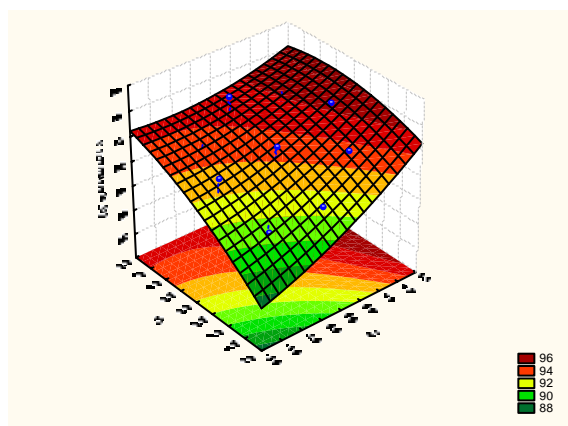
Gambar 2. Diagram Pareto untuk hasil analisa terhadap konversi rerata pada pengurangan Mg^{2+} dan Ca^{2+}

Gambar 3 menunjukkan bahwa penyimpangan data percobaan dan data perhitungan (model) cukup kecil. Hal ini bisa terlihat pada harga MS Residual yang cukup besar, yaitu 1,552. Oleh karena itu model juga

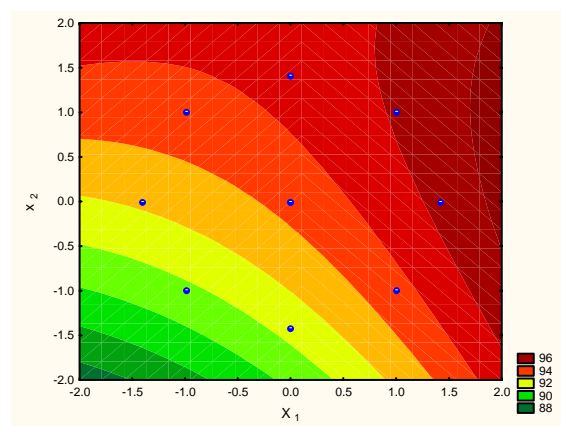
bisa dikatakan dapat mewakili proses pengendapan ion Mg^{2+} dan Ca^{2+} dalam air laut. Dari Gambar 3 juga terlihat bahwa ada sebagian data yang mendekati model dan ada juga yang cukup jauh dari model.



Gambar 3. Grafik hubungan data teramati dengan data perhitungan konversi rerata pada pengurangan Mg^{2+} dan Ca^{2+} .



a. Respon permukaan



b. countour

Gambar 4. Grafik countour dan tiga dimensi dari konversi rerata pada pengurangan Mg^{2+} dan Ca^{2+} .

Gambar 4.a merupakan grafik tiga dimensi dari model matematika persamaan 3 dan diagram countournya, dimana hasilnya berbentuk *saddle point*. Gambar 4 menunjukkan bahwa titik – titik hasil percobaan masih di luar pada titik konversi maksimum yang dapat dicapai. Nilai maksimum pada

Gambar 4 b. terlihat di daerah yang gelap /merah tua dimana profil dan kondisi operasi yang digunakan masih di luarnya. Hal ini dapat diperjelas dari Tabel 4. Tabel 4 menunjukkan bahwa variabel X_2 pada nilai 2,663. Nilai tersebut terletak diluar dari variabel operasi untuk X_2 ($-1,414 \leq X_2 \leq 1,414$).

Tabel 4. Harga kritis dari variabel pada pengurangan Mg^{2+} dan Ca^{2+} .

Variabel	Data percobaan (batas bawah)	Nilai kritis	Data percobaan (batas atas)
X_1	-1,414	-0,517	1,414
X_2	-1,414	2,663	1,414

Harga kritis variabel X_1 adalah -0,517 atau untuk temperatur sebesar $82,42^\circ\text{C}$ dan X_2 sebesar 2,663 untuk konsentrasi natrium stearat 14,16%(v/v). Dengan menggunakan model persamaan 3 akan diperoleh

oleh konversi rerata pengurangan ion Ca^{2+} dan Mg^{2+} sebesar 94,46%. Hasil yang diperoleh pada penelitian ini kurang maksimal karena kurangnya reaktan natrium stearat yang bereaksi dengan ion Ca^{2+} dan Mg^{2+} .

Konsentrasi NaCl dalam Produk Garam

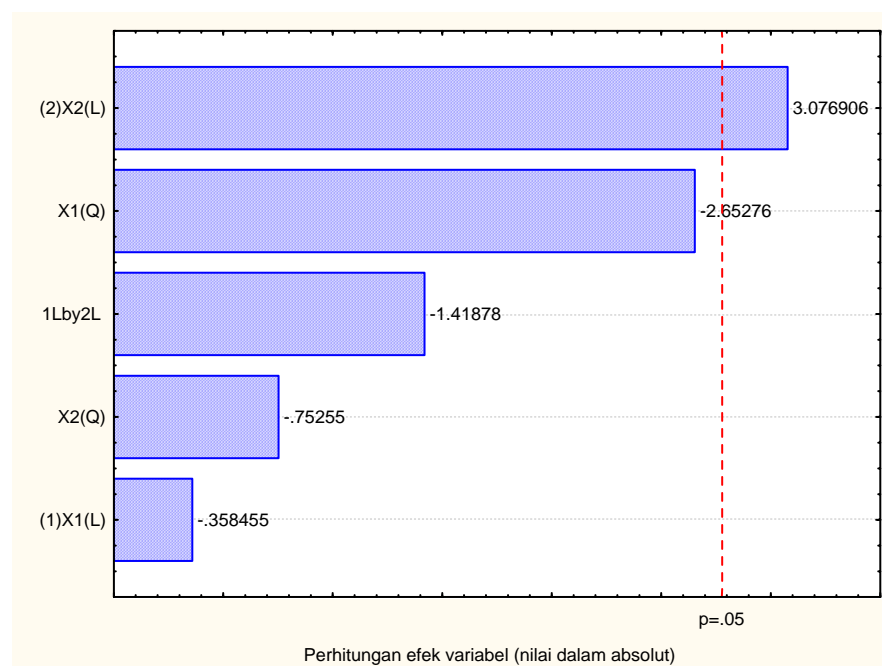
Dalam proses optimasi ini juga diamati konsentrasi NaCl dalam garam yang terbentuk, dimana hasilnya disajikan dalam Tabel 5. Kolom ketiga merupakan hasil analisis konsentrasi NaCl pada produk garam dan kolom keempat merupakan hasil perhitungan konsentrasi NaCl dengan menggunakan model matematika persamaan 4.

Dimana Y adalah konsentrasi NaCl dalam produk garam. Koefisien pada persamaan 3 menunjukkan bahwa model matematika merupakan ini bukan linier. Koefisien pada variabel kwadrat (X_1) cukup besar dibandingkan dengan variabel tunggal. Data-data yang diperoleh selanjutnya diolah dengan statistika dan hasilnya disajikan dalam Gambar 5, 6 dan 7.

$$Y = 92,7596 - 0,3443 X_1 - 3,3706 X_1^2 + 2,9553 X_2 - 0,9562 X_2^2 - 1,9272 X_1 X_2 \quad (4)$$

Tabel 5. Hasil konsentrasi NaCl dalam produk garam

X_1	X_2	Konsentrasi NaCl hasil analisa, %	Konsentrasi NaCl hasil perhitungan, %
0,000	-1,414	84,567	86,668
1,000	-1,000	87,467	87,060
1,000	1,000	86,320	89,117
0,000	0,000	93,132	92,760
-1,000	1,000	92,926	93,660
0,000	0,000	92,388	92,760
-1,000	-1,000	86,364	83,895
-1,414	0,000	85,211	86,505
0,000	1,414	97,456	95,027
1,414	0,000	87,154	85,531



Gambar 5. Diagram Pareto untuk konsentrasi NaCl dalam produk garam

Gambar 5 merupakan diagram Pareto untuk konsentrasi NaCl dalam produk garam. Gambar di atas menunjukkan bahwa variabel konsentrasi natrium stearat (X_2) jauh lebih berpengaruh daripada variabel temperatur operasi (X_1) jika ditinjau dari model linier, bahkan juga lebih besar dibandingkan dengan model kwadrat dari X_1 . Variabel konsentrasi lebih besar dari batas minimum

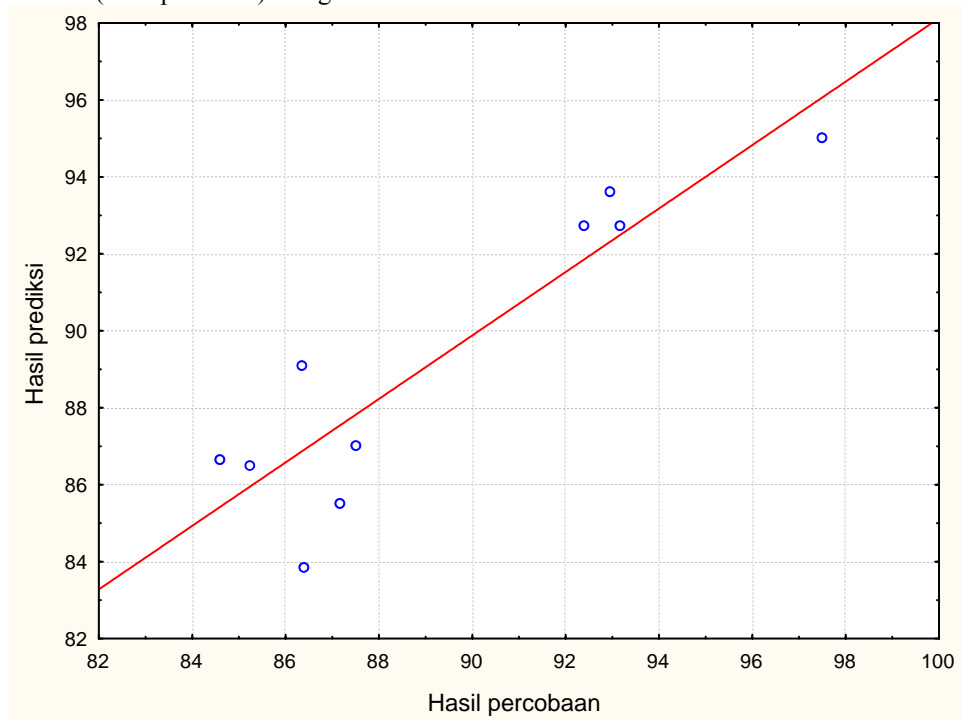
$p = 0,05$ dimana merupakan jarak minimum dari suatu efek (variabel) dalam pengaruhnya terhadap respon, sehingga bisa dikatakan variabel konsentrasi memberikan pengaruh yang besar dalam proses ini.

Variabel temperatur operasi, jika ditinjau dari model kuadrat, jauh lebih berpengaruh daripada variabel konsentrasi natrium stearat. Variabel temperatur men

dekati batas minimum $p = 0,05$. Hal ini berarti variabel temperatur belum memberikan pengaruh yang besar terhadap proses. Kombinasi variabel konsentrasi dan temperatur (1Lby2L) mempunyai pengaruh yang kecil. Secara keseluruhan model linier dan kuadrat ada, sehingga persamaan 4 dapat mewakili untuk konsentrasi NaCl dalam produk garam.

Gambar 6 merupakan grafik hubungan data teramati dengan data terprediksi untuk NaCl atau merupakan grafik validasi data dengan model yang dihasilkan. Semakin dekat data (hasil percobaan) dengan model

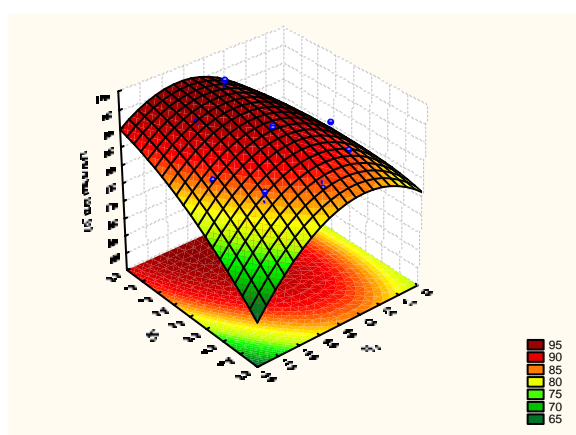
matematis maka data akan mendekati garis. Gambar 6 dapat menjelaskan bahwa data percobaan yang diperoleh dengan data yang terprediksi (model). Grafik yang diperoleh menunjukkan bahwa ada sebagian data yang sudah mendekati dengan model dan sebagian belum. Hal ini bisa terlihat pada harga MS Residual yang cukup kecil, yaitu 7,380. Oleh karena itu model bisa mewakili pada proses peningkatan kadar NaCl.



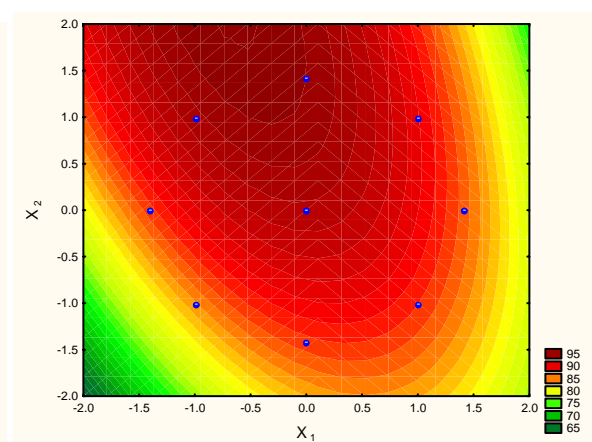
Gambar 6. Grafik hubungan data teramati dengan data terprediksi untuk konsentrasi NaCl

Gambar 7.a. menunjukkan bahwa nilai maksimum dapat diperoleh dari grafik ini, meskipun salah satu variabel operasi (X_2) masih di luar nilai yang ditentukan. Hal ini diperjelas dari grafik countour

pada Gambar 7.b. Nilai maksimum diperoleh pada daerah merah tua, sedangkan nilai-nilai dari hasil percobaan masih diluar nilai tersebut. Nilai-nilai variabel ini, secara jelas disajikan dalam Tabel 6.



a. Grafik 3 dimensi



b. Grafik countour

Gambar 7. Grafik 3 dimensi dan countour dari konsentrasi NaCl pada produk garam

Tabel 6. Harga kritis dari variabel untuk konsentrasi NaCl pada produk

Variabel	Data percobaan (batas bawah)	Nilai kritis	Data percobaan (batas atas)
X_1	-1,414	-0,692	1,414
X_2	-1,414	2,243	1,414

Tabel 6 menunjukkan harga kritis dari variabel $X_1 = -0,692$ atau temperatur sebesar $81,54^\circ\text{C}$ dan variabel $X_2 = 2,243$ atau konsentrasi natrium stearat 13,11 % (v/v). Harga kritis dari konsentrasi di luar batas minimum dan maksimum. Nilai konsentrasi NaCl maksimum dari variabel – variabel tersebut sebesar 96,19 %. Nilai ini masih dibawah standar (98,5 db Tabel 1) hal ini dikarenakan kurangnya Na stearat yang ditambahkan. Satuan konsentrasi yang digunakan juga berbeda dengan standar SNI/SII sehingga dibutuhkan korelasi lagi. Konsentrasi natrium stearat sangat berpengaruh dalam pembentukan garam dengan kadar NaCl yang tinggi. Hal ini disebabkan semakin tinggi konsentrasi natrium stearat, maka semakin banyak partikel natrium stearat yang akan bereaksi dengan ion Cl^- yang ada pada air laut membentuk NaCl.

Kesimpulan dan Saran

Hasil penelitian menyimpulkan bahwa model matematika /persamaan untuk konversi rerata penguangan Ca^{2+} dan Mg^{2+} adalah

$$Y = 93,3185 + 1,0967 X_1 + 0,1909 X_1^2 + 1,0682 X_2 - 0,2333 X_2^2 - 0,3376 X_1 X_2$$

Nilai maksimum konversi rerata yang diperoleh sebesar 94,46% pada nilai $X_1 = -0,517$ atau untuk temperatur sebesar $82,42^\circ\text{C}$ dan $X_2 = 2,663$ atau konsentrasi natrium stearat 14,16% (v/v). Model matematika untuk konsentrasi NaCl pada produk garam adalah

$$Y = 92,7596 - 0,3443 X_1 - 3,3706 X_1^2 + 2,9553 X_2 - 0,9562 X_2^2 - 1,9272 X_1 X_2$$

Nilai konsentrasi NaCl maksimum sebesar 96,19 %, untuk variabel $X_1 = -0,692$ atau temperatur sebesar $81,54^\circ\text{C}$ dan variabel $X_2 = 2,243$ atau konsentrasi natrium stearat 13,11 % (v/v).

Daftar Pustaka

1. Abu Khader, M.M., 2004, "Viable Engineering Options To Enhance The NaCl Quality From The Dead Sea In Jordan", Journal of Cleaner Production
2. Anonim, 2002, "SNI dan SII Garam Untuk Industri" Departemen Perindustrian dan Perdagangan Republik Indonesia
3. Bahruddin, dkk, 2003, "Penentuan Rasio Ca / Mg Optimum pada Proses Pemurnian Garam Dapur", Jurnal Natur Indonesia
4. Marihati, A., M. Soengkawati, S. Kartasnjaya, T. Sayekti, 2001, "Rekayasa Alat Purifikasi Garam Rakyat Pada Industri Kecil dan Menengah Untuk Konsumsi Garam Industri Pangan"
5. R W. Baker, 2000, "Membrane Technology and Applications", Mc Graw Hill, California
6. Widayat, D.S. Retnowati, F Himawan dan M. Widiyanti, 2005, "Pembuatan Garam Industri dari Air Laut Kota Rembang dengan Metode Pengendapan dan Evaporasi", Prosiding Makalah Seminar Nasional "Kejuangan" Teknik Kimia 2005, Jurusan Teknik Kimia, FTI UPN "veteran" Yogyakarta, 25-26 Januari 2005 ISBN : 1693-4393